2/5/1

DIALOG(R)File 351:DERWENT WPI (c) 2000 Derwent Info Ltd. All rts. reserv.

009298756

WPI Acc No: 92-426165/199252 XRAM Acc No: C92-189012

Prodn. of biodegradable base oils and waxes - is by two-stage solvent dewaxing of conventional or hydrocracked lubricating base oils

Patent Assignee: BP FRANCE (BRPE)

Inventor: DAVIES P; GALANAKIS A; HERTOGHE P; LAMBERT D; WELTER A

Number of Countries: 001 Number of Patents: 001

Patent Family:

Patent No Kind Date Applicat No Kind Date Main IPC Week

FR 2675812 A1 19921030 FR 915206 A 19910426 C10G-053/06 199252 B

Priority Applications (No Type Date): FR 915206 A 19910426

Patent Details:

Patent Kind Lan Pg Filing Notes Application Patent

FR 2675812 A1 16

Abstract (Basic): FR 2675812 A

Prodn. is effected by: (a) dewaxing a conventional or hydrocracked base oil at low temp. and recovering a liq. filtrate; and (b) dewaxing the liq. filtrate at low temp. using either a pure dewaxing antisolvent, or a solvent/antisolvent mixt. richer in antisolvent than that used in step (a), or a solvent/antisolvent mixt. modified with a polar solvent; and/or (c) recrystallising or 'repulsing' the filter cake from step (a) using a dewaxing solvent/antisolvent mixt.

USE/ADVANTAGE - For prodn. of biodegradable lubricants with high viscosity index (V.I) values. The process gives high yields of prods. with high biodegradability values (CEC L-33-T-82), high V.I. values, low viscosity and low volatility.

Dwg.0/1

Title Terms: PRODUCE; BIODEGRADABLE; BASE; OIL; WAX; TWO-STAGE; SOLVENT;

DEWAX; CONVENTION; HYDROCRACKING; LUBRICATE; BASE; OIL

Derwent Class: H02; H07

International Patent Class (Main): C10G-053/06

International Patent Class (Additional): C10G-073/08; C10M-101/02

File Segment: CPI

Best Available Copy

19 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

#### INSTITUT NATIONAL DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

**PARIS** 

11) N° de publication :

(à n'utiliser que pour les commandes de reproduction)

21 N° d'enregistrement national :

2 675 812

91 05206

(51) Int Cl3 : C 10 G 53/06, 73/08; C 10 M 101/02

(12)

#### **DEMANDE DE BREVET D'INVENTION**

Δ1

- (22) Date de dépôt : 26.04.91.
- (30) Priorité :

1 Demandeur(s) : Société Anonyme dite: BP FRANCE - FR.

(72) Inventeur(s): Davies Phil, Galanakis Alain, Hertoghe

Paul, Lambert Didier et Welter Agnès.

- Date de la mise à disposition du public de la demande : 30.10.92 Bulletin 92/44.
- Liste des documents cités dans le rapport de recherche: Se reporter à la fin du présent fascicule.
- (60) Références à d'autres documents nationaux apparentés :
- 73) Titulaire(s) :
- 74 Mandataire : Bureau D.A. Casalonga-Josse.
- Procédé de préparation d'hulles de base et de cires liquides blodégradables, nouveaux produits lubrifiants blodégradables obtenus.

(57) L'invention concerne un procédé de préparation d'huiles de base et de cires biodégradables, comprenant:

a) un premier déparaffinage à froid d'une huile de base conventionnelle ou hydrocraquée, avec un mélange solvant/antisolvant de déparaffinage, suivi de la récupération du filtrat liquide;

b) un deuxième déparaffinage à froid du filtrat liquide de l'étape a) avec un anti-solvant de déparaffinage pur ou un mélange solvant/anti-solvant de déparaffinage plus riche en anti-solvant que pour l'étape a) ou un mélange solvant/anti-solvant modifié par un solvant polaire; et/ou

c) une recristallisation ou un "repulping" du produit de filtration solide de l'étape a) avec un mélange solvant/antisolvant de déparaffinage.

R 2 675 812 - A1

Procédé de préparation d'huiles de base et de cires liquides biodégradables, nouveaux produits lubrifiants biodégradables obtenus.

La présente invention consiste en un procédé de préparation d'huiles de base et de cires liquides biodégradables ainsi que les nouveaux produits lubrifiants biodégradables obtenus.

Dans l'industrie de la fabrication des lubrifiants et notamment des lubrifiants pour moteurs, on utilise d'une manière générale des huiles de base obtenues à partir de produits issus du pétrole brut.

Ces huiles, outre les caractéristiques normales de viscosité, de température d'écoulement et de volatité propres aux lubrifiants, doivent présenter un degré de biodégradabilité satisfaisant pour éviter les problèmes de pollution dans l'environnement.

La demanderesse vient de découvrir qu'il était possible d'obtenir une gamme de produits biodégradables présentant les caractéristiques souhaitées, à partir d'une huile de base conventionnelle ou hydrocraquée, selon un procédé en deux étapes, comprenant un premier déparaffinage à froid du raffinat avec un mélange solvant/anti-solvant conventionnel de déparaffinage, puis un deuxième déparaffinage à froid du filtrat liquide récupéré dans la première étape avec un anti-solvant pur ou un mélange solvant/anti-solvant plus riche en anti-solvant que celui de la première étape ou un mélange solvant/antisolvant modifié par un solvant polaire, et/ou une recristallisation ou un "repulping" du produit solide de filtration obtenu lors de la première étape.

L'objet de la présente invention consiste donc en un procédé de préparation d'huiles de base biodégradables selon un procédé de déparaffinage en deux étapes d'une huile de base conventionnelle ou hydrocraquée.

Un autre objet est constitué par les différents produits valorisables obtenus selon ce procédé.

D'autres objets de l'invention apparaîtront à la lumière de la description.

Le procédé de préparation selon la présente invention est caractérisé essentiellement par le fait qu'il comprend :

10

5

15

20

25

- a) un premier déparaffinage à froid d'une huile de base conventionnelle ou hydrocraquée, avec un mélange solvant/anti-solvant conventionnel de déparaffinage, suivi de la récupération du filtrat liquide après filtration et lavage du produit de filtration (cire solide) au moyen du même mélange solvant/anti-solvant;
- b) un deuxième déparaffinage à froid du filtrat liquide obtenu dans l'étape a) avec un anti-solvant pur conventionnel de déparaffinage ou un mélange solvant/anti-solvant plus riche en antisolvant que celui de la première étape ou un mélange solvant/antisolvant modifié à l'aide d'un solvant polaire, suivi de la séparation du filtrat liquide et de la cire liquide obtenus; et/ou
- c) une recristallisation ou un "repulping" du produit solide de filtration obtenu lors de l'étape a).

Cette recristallisation ou ce "repulping" sont alors réalisés à l'aide d'un système solvant/anti-solvant de déparaffinage. On obtient alors des paraffines purifiées et un filtrat liquide qui présente lui aussi des propriétés remarquables de biodégradabilité.

On appelle "solvant" de déparaffinage un solvant qui dissout la phase huileuse.

On appelle "anti-solvant" de déparaffinage un solvant qui rejette les composés paraffiniques.

Les mélanges solvant/anti-solvant de déparaffinage utilisés selon le procédé de la présente invention, sont obtenus en combinant des composés du type aromatique, alkylaromatique, cétone, chloroalcane, chloroalcène, et sont choisis de préférence parmi les mélanges suivants :

- benzène/acétone
- benzène/méthyléthylcétone (MEK)
- toluène/méthyléthylcétone (MEK)
- toluène/acétone
- méthylisobutylcétone (MiBK)/méthylcétone (MEK)
- dichloroéthane/dichlorométhane (DiME)
- trichloroéthylène/dichloroéthane.

On utilise de préférence le mélange (MiBK/MEK) ou le mélange (DiME).

10

5

15

20

30

25

Le rapport en poids solvant/anti-solvant du mélange est compris entre 0,1:99,9 et 99,9:0,1.

On utilise plus particulièrement le mélange MiBK/MEK dans un rapport en volume de 85:15 pour les grades légers et 92:8 pour les grades lourds et le mélange DiME dans un rapport en volume 50:50 pour les grades légers et 30:70 pour les grades lourds.

Les anti-solvants utilisés dans la deuxième étape b) du procédé de l'invention, sont choisis de préférence parmi la méthyléthylcétone (MEK), le dichlorométhane, l'acétone ou le dichloroéthane.

Les mélanges solvant/anti-solvant de déparaffinage utilisés dans la première étape, à l'exception des mélanges comportant des hydrocarbures chlorés, peuvent être utilisés également dans la deuxième étape en leur ajoutant une quantité d'un solvant polaire comprise entre 99,9 et 0,1% et de préférence inférieure ou égale à 50% en poids par rapport au poids total du mélange.

On utilise plus particulièrement, dans la deuxième étape du procédé de l'invention, la méthyléthylcétone (MEK) pure ou le mélange ternaire MiBK/MEK/éthanol dans le cas du système MiBK/MEK ou le dichlorométhane dans le cas du système DiME.

Les températures de déparaffinage dans les deux étapes du procédé de l'invention, sont choisies de préférence entre -40° et -9°C.

La température du deuxième déparaffinage avec anti-solvant pur ou majoritaire (étape b) doit être de préférence inférieure ou égale à la température du premier déparaffinage.

Dans le cas d'une recristallisation ou d'un "repulping" (étape c), la température doit être supérieure ou égale à la température du premier déparaffinage.

Le rapport en poids du système (solvant/anti-solvant)/huile ou anti-solvant/huile dans chaque étape de déparaffinage, est de préférence compris entre 0,1:1 et 10:1.

Le procédé de recristallisation de l'étape c) consiste à réchauffer le produit de filtration (cire solide) obtenu lors de l'étape a) du procédé de l'invention, de le diluer avec un mélange solvant/antisolvant. Il est ensuite filtré à une température de préférence supérieure à O°C. Les deux produits obtenus sont une huile (phase liquide) et une

10

5

20

15

25

30

paraffine à basse teneur en huile (phase solide).

Le procédé de "repulping" consiste à rediluer le produit de filtration (cire solide) de l'étape a) avec un système solvant/anti-solvant, puis de le filtrer à une température proche de celle du déparaffinage. On obtient ainsi un filtrat et un produit de filtration déshuilé.

Les huiles de base conventionnelles de l'invention sont obtenues par distillation atmosphérique de pétrole brut, suivie d'une distillation sous vide des résidus les plus lourds et d'une récupération des distillats obtenus.

Les huiles de base hydrocraquées de l'invention sont fabriquées à partir du distillat obtenu lors de l'étape de distillation définie cidessus. On effectue sur ce distillat un hydrocraquage suivi d'une distillation fournissant un produit ayant un point d'ébullition supérieur à 330°C.

Les huiles de base conventionnelles ou hydrocraquées conformes à l'invention, sont préalablement traitées par une extraction au solvant pour éliminer les composés aromatiques présents. Les solvants généralement utilisés sont le furfuraldéhyde, le phénol ou la N-méthyl pyrrolidone (NMP).

A la fin de la première étape de déparaffinage du procédé, on sépare par filtration un filtrat liquide et une cire solide riche en paraffines à haute température d'écoulement (>20°C). Le filtrat liquide est récupéré pour la deuxième étape.

A la fin de la deuxième étape, on récupère, après filtration, un filtrat liquide et une cire liquide riche en paraffines à basses températures d'écoulement.

Le procédé de fabrication des produits lubrifiants biodégradables selon l'invention, peut être représenté par le schéma décrit dans la figure unique en annexe.

Les filtrats liquides obtenus au cours de la première étape présentent une biodégradabilité (CEC-L-33 T-82) de l'ordre de 50% en poids ou plus, lorsqu'ils sont préparés à partir d'huiles de base conventionnelles et une biodégradabilité supérieure à 70% en poids lorsqu'ils sont préparés à partir d'huiles de base hydrocraquées. Ils

10

5

20

15

25

30

présentent des caractéristiques d'huile de base satisfaisantes pour la préparation de lubrifiants biodégradables.

Les filtrats liquides finaux résultant de la deuxième étape de déparaffinage, sont nouveaux et présentent un degré de biodégradabilité comparable voire supérieur à celui du filtrat initial, ainsi que des caractéristiques d'huile de base satisfaisantes pour la préparation de lubrifiants biodégradables.

5

10

15

Les cires liquides finales résultant de la deuxième étape, sont nouvelles et présentent un degré de biodégradabilité de 15 à 25% supérieur à celui du filtrat liquide initial, ainsi qu'un indice de viscosité plus élevé.

Ces cires sont particulièrement intéressantes pour la fabrication des lubrifiants fortement biodégradables à haut indice de viscosité.

Les exemples qui suivent servent à illustrer la présente invention sans toutefois présenter un caractère limitatif.

#### EXEMPLE 1

On fabrique une huile de base hydrocraquée par distillation sous vide d'une fraction de résidu d'hydrocraquage de point d'ébullition 370°C ou plus.

On effectue ensuite une extraction au furfuraldéhyde dans les conditions suivantes :

40°C, 15 minutes, 150% v/v (furfuraldéhyde/huile)

Dans tous les exemples qui suivent, on détermine pour chaque produit obtenu les caractéristiques suivantes :

- la densité à 15°C en g/ml (d 15°C)

- la viscosité cinématique à 40°C (kV 40°C) en 10<sup>-6</sup> m<sup>2</sup>/s
- la viscosité cinématique à 100°C (kV 100°C) en 10<sup>-6</sup> m<sup>2</sup>/s
- l'indice de viscosité (VI)

- la température d'écoulement en °C (Pour Point)

- la volatilité NOACK en % poids (DIN 51581 et AFNOR NFT 60-10)

- la biodégradabilité en % poids (CEC L-33-T-82)
- le % de soufre en poids.

Le raffinat présente les caractéristiques suivantes :

d 15°C : 0,828 g/ml

kV 40°C : 14,77 10<sup>-6</sup> m<sup>2</sup>/s kV 100°C : 3.97 10<sup>-6</sup> m<sup>2</sup>/s

V.I. : 179

Pour Point : +31°C

NOACK: 16,3% en poids

% S : 0,082% en poids

#### Procédé de déparaffinage:

#### Etape 1

On déparaffine le raffinat à -20°C avec le mélange solvant/antisolvant (MiBK 85% en volume, MEK 15% en volume).

Le rapport (solvant/anti-solvant): huile est de 2,5:1 en poids pour la séparation des deux phases et de 1,5:1 en poids pour le lavage du produit de filtration avec le même mélange.

Le filtrat liquide obtenu présente les caractéristiques suivantes :

10

5

15

20

25

30

	d 15°C	:	0,83 g/ml
	kV 40°C	:	$17,43 \ 10^{-6} \mathrm{m}^2/\mathrm{s}$
	kV 100°C	:	$4,02 \ 10^{-6}  \text{m}^2/\text{s}$
5	V.I.	:	132,1
	Pour Point	:	-1 <b>7°</b> C
	NOACK	:	16,3% en poids
	% S	:	0,112% en poids
	biodégrabilité	:	75,3% en poids

10

Le filtrat constitue une huile de base biodégradable acceptable.

Le rendement obtenu pour le filtrat liquide est de 80% en poids par rapport au raffinat.

### Etape 2

15

On déparaffine le filtrat liquide obtenu à -30°C avec la méthyléthylcétone pure à 100% comme antisolvant.

Le rapport antisolvant : huile est de 2,5:1 en poids pour la séparation des deux phases et de 1,5:1 en poids pour le lavage avec l'antisolvant pur MEK.

20

Le filtrat liquide et la cire liquide obtenus présentent les caractéristiques suivantes :

	Caractéristiques	Filtrat liquide	Cire liquide
25	d 15°C kV 40°C kV 100°C	0,840 g/ml 17,87 10 <sup>-6</sup> m <sup>2</sup> /s 3,99 10 <sup>-6</sup> m <sup>2</sup> /s	0,828 g/ml 17,44 10 <sup>-6</sup> m <sup>2</sup> /s 4,05 10 <sup>-6</sup> m <sup>2</sup> /s
30	V.I. Pour Point NOACK % S Biodégradabilité	124,5 -30°C - 0,217% en poids 74,6% en poids	135,1 -14°C 15,3% en poids 0,058% en poids 86,9% en poids

Le rendement obtenu pour la cire liquide est de 64,4% en poids par rapport au filtrat liquide de la première étape.

Le deuxième paraffinage permet d'augmenter sensiblement le degré de biodégradabilité de la cire liquide et d'améliorer l'indice de viscosité par rapport au filtrat liquide de la première étape, tout en conservant au filtrat liquide obtenu au cours de cette deuxième étape sensiblement le même degré de biodégradabilité et des caractéristiques d'huile de base satisfaisantes.

Les deux produits obtenus présentent des caractéristiques satisfaisantes pour la préparation de nombreux lubrifiants biodégradables à haut indice de viscosité, faible viscosité et faible volatilité.

#### **EXEMPLE 2**

On utilise une huile de base conventionnelle.

On effectue ensuite une extraction au furfuraldéhyde dans les mêmes conditions que l'exemple 1.

Le raffinat de départ présente les caractéristiques suivantes :

d 15°C : 0,868 g/ml
20 kV 40°C : 23,59 10<sup>-6</sup> m<sup>2</sup>/s
kV 100°C : 4,70 10<sup>-6</sup> m<sup>2</sup>/s
V.I. : 118,4
Pour Point : > 20°C

% S : 0,87% en poids

# 25 <u>Procédé de déparaffinage</u>:

#### Etape 1

5

10

On déparaffine le raffinat défini ci-dessus dans les mêmes conditions que l'exemple 1.

Le filtrat liquide obtenu présente les caractéristiques suivantes :

d 15°C : 0,880 g/ml
kV 40°C : 30,10 10<sup>-6</sup> m<sup>2</sup>/s
kV 100°C : 5,17 10<sup>-6</sup> m<sup>2</sup>/s
V.I. : 100,1
Pour Point : -17°C
% S : 1,08% en poids

Biodégradabilité : 51% en poids

Le rendement obtenu pour le filtrat liquide est de 81% en poids par rapport au raffinat. Le filtrat liquide constitue une huile de base pour lubrifiants satisfaisante.

#### Etape 2

Les conditions de déparaffinage sont identiques à celles de l'exemple 1.

Le filtrat liquide et la cire liquide obtenus présentent les

caractéristiques suivantes :

Caractéristiques	Filtrat liquide	Cire liquide
d 15°C	0,891 g/ml	0,865 g/ml
kV 40°C	$34,02 \ 10^{-6}  \text{m}^2/\text{s}$	25,43 10 <sup>-6</sup> m <sup>2</sup> /s
kV 100°C	$5,36 \ 10^{-6} \mathrm{m}^2/\mathrm{s}$	$4,80  ext{ } 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$
V.I.	86,1	109,4
Pour Point	-30°C	-11°C
% S	1,52% en poids	0,61% en poids
Biodégradabilité	41,7% en poids	61% en poids

Le deuxième déparaffinage permet d'améliorer le degré de biodégradabilité de la cire liquide et d'améliorer l'indice de viscosité par rapport au filtrat liquide de la première étape.

La cire liquide obtenue présente des caractéristiques satisfaisantes pour la préparation de lubrifiants biodégradables.

20

15

5

25

#### **REVENDICATIONS**

- 1. Procédé de préparation d'huiles de base et de cires biodégradables, caractérisé par le fait qu'il comprend :
- a) un premier déparaffinage à froid d'une huile de base conventionnelle ou hydrocraquée, suivi de la récupération du filtrat liquide, et
- b) un deuxième déparaffinage à froid du filtrat liquide de l'étape a) avec un anti-solvant de déparaffinage pur ou mélange solvant/antisolvant de déparaffinage plus riche en anti-solvant que pour l'étape a) ou un mélange solvant/anti-solvant modifié par un solvant polaire; et/ou
- c) une recristallisation ou un "repulping" du produit de filtration solide de l'étape a) avec un solvant/anti-solvant de déparaffinage.
- 2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que le mélange solvant/anti-solvant est obtenu en combinant des composés du type aromatique, alkylaromatique, cétone, chloroalcane, chloroalcène.
- 3. Procédé selon la revendication 2, caractérisé par le fait que le mélange solvant/anti-solvant est choisi parmi :
  - benzène/acétone

5

10

15

20

- benzène/méthylcétone (MEK)
- toluène/méthyléthylcétone (MEK)
- toluène/acétone
- méthylisobutylcétone (MiBK)/méthylcétone (MEK)
- dichloroéthane/dichlorométhane (DiME)
- 25 trichloroéthylène/dichloroéthane.
  - 4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé par le fait que le rapport en poids du solvant : anti-solvant dans le mélange solvant/anti-solvant est compris entre 0,1:99,9 et 99,9:0,1.
- 5. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que l'anti-solvant pour la deuxième étape est choisi parmi la méthyl éthylcétone (MEK), l'acétone, le dichloroéthane ou le dichlorométhane.
  - 6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé par le fait que l'on utilise, dans la première étape, le

mélange MiBK/MEK et dans la deuxième étape, l'anti-solvant MEK ou le mélange ternaire (MiBK/MEK/éthanol).

- 7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé par le fait que l'on utilise, dans la première étape, le mélange dichloroéthane/dichlorométhane (DiME) et, dans la deuxième étape, le dichlorométhane comme anti-solvant.
- 8. Procédé selon la revendication 6, caractérisé par le fait que le rapport en volume MiBK: MEK dans le mélange MiBK/MEK est de 85:15 pour les grades légers et de 92:8 pour les grades lourds.
- 9. Procédé selon la revendication 7, caractérisé par le fait que le rapport en volume dichloroéthane:dichlorométhane dans le mélange (DiME) est de 50:50 pour les grades légers et de 30:70 pour les grades lourds.
- 10. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, caractérisé par le fait que les températures de déparaffinage pour les première et deuxième étapes sont comprises entre -40 et -9°C.
- 11. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, caractérisé par le fait que l'huile de base de départ conventionnelle ou hydrocraquée est traitée par extraction au solvant.
- 12. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 11, caractérisé par le fait que l'huile de base hydrocraquée est soumise à une distillation fournissant un produit de point d'ébullition supérieur à 330°C.
- 13. Huile de base biodégradable susceptible d'être obtenue par le procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 12.
- 14. Cire liquide biodégradable susceptible d'être obtenue par le procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 12.
- 15. Filtrat liquide susceptible d'être obtenu lors de l'étape c) de recristallisation ou de "repulping" de la cire solide obtenue lors de la première étape a) du procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 12.
- 16. Utilisation de l'huile de base selon la revendication 13, pour la préparation de lubrifiants biodégradables.
- 17. Utilisation de la cire liquide de la revendication 14, dans la préparation de lubrifiants biodégradables.

10

5

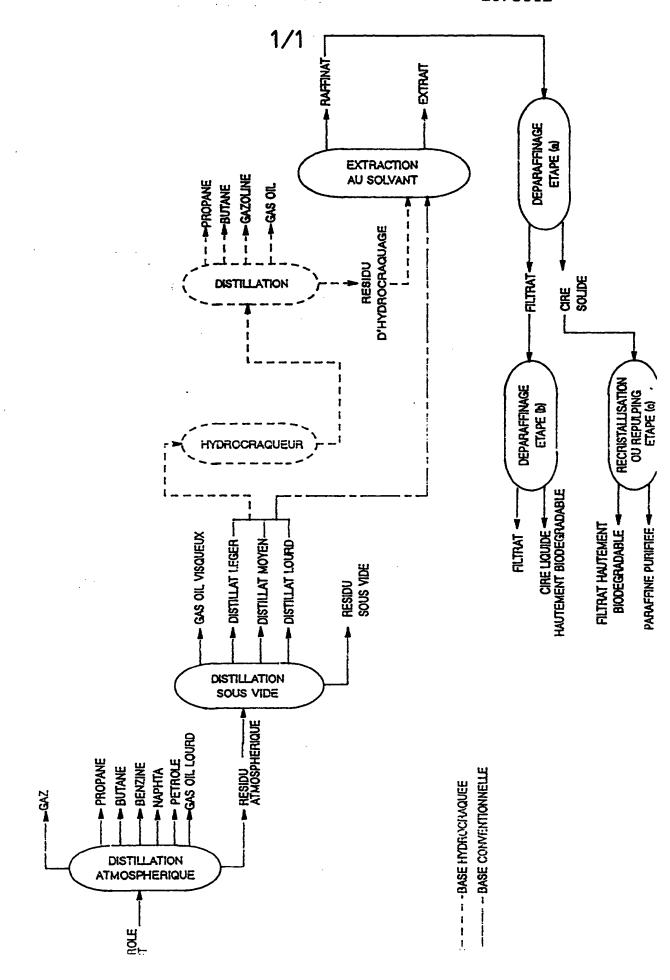
15

20

25

30

- 18. Utilisation du filtrat selon la revendication 15, pour la préparation de lubrifiants biodégradables.
- 19. Lubrifiant biodégradable, caractérisé par le fait qu'il contient au moins une huile de base selon la revendication 13 ou 15.
- 20. Lubrifiant fortement biodégradable, caractérisé par le fait qu'il contient au moins une cire selon la revendication 14.



# , REPUBLIQUE FRANÇAISE .

**INSTITUT NATIONAL** 

#### RAPPORT DE RECHERCHE

Nº d'enregistrement national

de la

PROPRIETE INDUSTRIELLE

établi sur la base des dernières revendications déposées avant le commencement de la recherche FR 9105206 456181

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		de la demande	
atégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	extrainée	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·
A	BE-A-748 251 (TEXACO)	1-20	
	* page 2, ligne 1 - ligne 7; figure 2 *		
A	FR-A-2 070 206 (ESSO)	1	
	* le document en entier *		
A ]	DE-A-2 607 614 (EMPRESA NATIONAL DEL ALUMINIO)	1	
	* le document en entier *		
A	US-A-2 397 868 (JENKINS)	1-20	
	* le document en entier *		
A ]	HYDROCARBON PROCESSING.	1-20	
	vol. 61, no. 9, Septembre 1982, HOUSTON US page 180; 'DI-ME SOLVENT DEWAXING & WAX DECILING'		
	* le document en entier *		
A	US-A-4 218 305 (GANNON TE AL.)	1-20	
	* le document en entier *		
A	US-A-3 318 800 (RINGLER)	1-20	DOMAINES TECHNIQUE RECHERCHES (Int. CL5)
	* le document en entier *		0100
A	FR-A-1 046 577 (TEXACO)	1-20	C10G C10M
	* le document en entier *		
A	GB-A-679 173 (TEXACO)	1-20	
	* le document en entier *		
A	GB-A-691 684 (SVEN-OLOV BERTIL ODELHÖS)	1	
	* le document en entier *		
A	CHEMICAL ABSTRACTS, vol. 89,	6	
	1978, Columbus, Ohio, US;		
- 1	abstract no. 27348U,		
I	GHEORGHE: 'DEPARAFFINATING MINERAL OIL'	1	
1	page 172; colonne 2;	1 1	
	* abrégé *		
	Date d'achivement de la recherche		Executanteur
	10 JANVIER 1992	DE L	A MORINERIE

CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES FORM 1503 00.82

...... , , , . .

X: particulièrement pertinent à lui seul
 Y: particulièrement pertinent en combinaison avec un
 autre document de la même catégorie
 A: pertinent à l'encontre d'au moins une revendication
 ou arrière plan technologique général

T: théorie ou principe à la base de l'invention
E: document de brevet bénéficiant d'une date antérieure
à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date
de dépôt ou qu'à une date postérieure.
D: cité dans la denande
L: cité pour d'autres raisons

# REPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL

de la

PROPRIETE INDUSTRIELLE

#### RAPPORT DE RECHERCHE

établi sur la base des dernières revendications déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement national FR 9105206

FA 456181 Page 2

DOCUMENTS CONSIDERES COMME		IME PERTINENTS	Revendications concernées	Page 2	
Catégorie	Citation du document avec indication, e des parties pertinentes	nz cas de besoin.	de la demande examinée		
A	FR-A-901 242 (EDELEANU GESELLS	IAFT)	3,7		
- 1	* le document en entier *				
1					
	į.				
				DOMAINING TRANSPORT	
				DOMAINES TECHNIQUE RECHERCHES (Int. CL5)	
			1		
	·				
			,		
		ŀ			
•	Date	Cachivement de la rechercia	i i	Postador A MODINEDE	
<del></del>		10 JANVIER 1992		A MORINERIE	
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES  T: théorie on p E: document d X: particulièrement pertinent à lui seul Y: particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A: pertinent à l'encontre d'an moins une revendication ou arrière-plan technologique général  D: cité dans la L: cité pour d'a			cipe à la base de l'invention revet bénéficiant d'une éate antérieure pôt et qui n'a été publié qu'à cette éate l'à une éate postérieure. res raisons		

1

#### CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES

- X : particulièrement pertinent à lui seul
  Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un
  autre éocument de la même catégorie
  A : pertinent à l'encontre d'an moins une revendication
  ou arrière-plan technologique général
- T: théorie ou principe à la base de l'invention
  E: decument de brevet bénéficiant d'une éate antérieure
  à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date
  de dépôt ou qu'à une date postérieure.
  D: cité dans la demande
- L : cité pour d'autres raisons

# This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record

# **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:	
☐ BLACK BORDERS	
☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES	
☐ FADED TEXT OR DRAWING	
☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING	
☐ SKEWED/SLANTED IMAGES	
☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS	
☐ GRAY SCALE DOCUMENTS	
☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT	
REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY	

# IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.